



(19) **SU** <sup>(11)</sup> **1 726 381** <sup>(13)</sup> **A1**  
(51) МПК

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ ПО  
ДЕЛАМ ИЗОБРЕТЕНИЙ И ОТКРЫТИЙ

(12) **ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ  
СССР**

(21), (22) Заявка: 4775983, 23.10.1989

(46) Дата публикации: 15.04.1992

(56) Ссылки: Патент США № 3985856, кл. 423-43, 1976. Технологический регламент М-22-81. Производство меди сернокислой пятивод-ной. Михайловский завод химреактивов, 1981.

(98) Адрес для переписки:  
13 340096 ДОНЕЦК, БАКИНСКИХ  
КОМИССАРОВ 17А

(71) Заявитель:  
ВСЕСОЮЗНЫЙ  
НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ  
РЕАКТИВОВ И ХИМИЧЕСКИ ЧИСТЫХ  
МАТЕРИАЛОВ ДЛЯ ЭЛЕКТРОННОЙ ТЕХНИКИ

(72) Изобретатель: БАТУРА ЗИНАИДА ЕВСЕЕВНА,  
КРЕЧМЕР ГРИГОРИЙ  
АБРАМОВИЧ, ЛУКЬЯНОВА ВАЛЕНТИНА  
ИВАНОВНА, ГОЛОДЕНКО МЕЛАНЬЯ  
ЕФИМОВНА<sup>13</sup> 340016  $\text{XifAÖE}$ ,

$\text{ÀÐÀÀÊÊÑÊÀß}$  4-3113 340066  $\text{XifAÖE}$ ,  
 $\text{ÊîîîîîÊÛÑÊÊÊ}$   $\text{ËÐ.25/3-5313}$  340009  $\text{XifAÖE}$ ,  
 $\text{ËÀÐÒÊÇÀÎÑÊÊÊ}$   $\text{ËÐ.70-2613}$  340100  $\text{XifAÖE}$ ,  $\text{À-Ð}$   
 $\text{øÀÀ×ÀîÊî}$  12-25

(54) Способ очистки сульфата меди

S U 1 7 2 6 3 8 1 A 1

S U 1 7 2 6 3 8 1 A 1



(19) **SU** <sup>(11)</sup> **1 726 381** <sup>(13)</sup> **A1**  
(51) Int. Cl.

STATE COMMITTEE  
FOR INVENTIONS AND DISCOVERIES

(12) **ABSTRACT OF INVENTION**

(71) Applicant:  
VSESOYUZNYJ NAUCHNO-ISSLEDOVATELSKIJ  
INSTITUT REAKTIVOV I KHIMICHESKI  
CHISTYKH MATERIALOV DLYA ELEKTRONNOJ  
TEKHNIKI

(72) Inventor: BATURA ZINAIDA EVSEEVNA,  
KRECHMER GRIGORIJ  
ABRAMOVICH, LUKYANOVA VALENTINA  
IVANOVNA, GOLODENKO MELANYA  
EFIMOVNA

(54) PROCEDURE FOR PURIFICATION OF COPPER SULFATE

(57)  
Изобретение относится к способам очистки сульфата меди от примесей и может найти применение в химической промышленности при производстве меди сернокислой пятиводной реактивных квалификаций и в цветной металлургии при производстве технического медного купороса повышенной степени чистоты по примеси железа. Целью изобретения является снижение потерь сульфата меди и сокращение отходов производства при сохранении высокой степени очистки. Поставленная цель достигается тем, что в

предлагаемом способе, включающем обработку сульфата меди перекисью водорода с последующим введением комплексообразователя. кристаллизацией и отделением продукта, в качестве комплексообразователя используют нитрилотриметилфосфоновую кислоту (НТФ) с последующим добавлением активированного угля в массовом соотношении НТФ: активированный уголь 1:(1±2) и отделением осадка, а процесс комплексообразования ведут при pH 1,5-2,0. 1 з.п.ф-лы, .1 табл. (Л



СОЮЗ СОВЕТСКИХ  
СОЦИАЛИСТИЧЕСКИХ  
РЕСПУБЛИК

(19) SU (11) 1726381 A1

(51)5 C 01 G 3/10

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ  
ПО ИЗОБРЕТЕНИЯМ И ОТКРЫТИЯМ  
ПРИ ГКНТ СССР

## ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ

К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ

1

(21) 4775983/26  
(22) 23.10.89  
(46) 15.04.92. Бюл. № 14  
(71) Всесоюзный научно-исследовательский институт реактивов и химически чистых материалов для электронной техники  
(72) З.Е. Батура, Г.А. Кречмер, В.И. Лукьянова и М.Е. Голоденко  
(53) 661:856.532(088.8)  
(56) Патент США № 3985856, кл. 423-43, 1976.

Технологический регламент М-22-81. Производство меди сернокислой пятиводной. Михайловский завод химреактивов, 1981.

(54) СПОСОБ ОЧИСТКИ СУЛЬФАТА МЕДИ

(57) Изобретение относится к способам очистки сульфата меди от примесей и может найти применение в химической промышленности при производстве меди сернокис-

2

лой пятиводной реактивных квалификаций и в цветной металлургии при производстве технического медного купороса повышенной степени чистоты по примеси железа. Целью изобретения является снижение потерь сульфата меди и сокращение отходов производства при сохранении высокой степени очистки. Поставленная цель достигается тем, что в предлагаемом способе, включающем обработку сульфата меди перекисью водорода с последующим введением комплексообразователя, кристаллизацией и отделением продукта, в качестве комплексообразователя используют нитрилотриметилфосфоновую кислоту (НТФ) с последующим добавлением активированного угля в массовом соотношении НТФ: активированный уголь = 1:(1-2) и отделением осадка, а процесс комплексобразования ведут при pH = 1,5-2,0. 1 з.п.ф-лы, 1 табл.

лексоброобразователем - фтористым натрием - при 80°С, приводящей к переводу трехвалентного железа в растворимый комплекс гексафторферрат (III) натрия.

Несмотря на то, что известный способ очистки обеспечивает высокое качество продукта, он имеет существенные недостатки, связанные с накоплением примеси железа, а также натрия и фтора в маточном растворе. По этому методу при кристаллизации меди сернокислой 97-98% примеси железа остается в маточном растворе. Накопление железа в маточном растворе

Изобретение относится к очистке сульфата меди от примеси железа и может найти применение в химической промышленности при производстве меди сернокислой пятиводной реактивных квалификаций и в цветной металлургии при производстве медного купороса повышенной степени чистоты по примеси железа.

Известно техническое решение, заключающееся в очистке сульфата меди от примеси двухвалентного железа путем окисления его в трехвалентное перекисью водорода с последующей обработкой комп-

SU 1726381 A1

SU 1726381 A1

(19) SU (11) 1726381 A1



ОБЩЕОБЩЕСТВЕННАЯ  
СОЦИАЛИСТИЧЕСКАЯ  
РЕСПУБЛИКА

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ ПАТЕНТ  
ВО ИЗОБРЕТЕНИЯ И СВИДЕТЕЛЬСТВ  
АИИ ГЛАВ СССР

# ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ

(21) 477583/26  
(22) 23.10.89  
(46) 10.04.92, Бюл. № 14  
(71) Государственный научно-исследовательский институт реактивов и ценных химических материалов для атомной техники  
(72) А.Е. Бугура, Г.А. Краймар, А.И. Лутыноцкий, М.Е. Гондарики  
(53) 681.965.52(206.8)  
(54) Патент США № 3895866, кл. 423-42, 1976  
(55) Технический регламент И-22-81, Производство меди сернокислотным методом, Магнитогорский завод электротехники, 1981.  
(56) СПОСОБ ЧИСТКИ СУЛЬФАТА МЕДИ  
(57) Изобретение относится к способам очистки сульфата меди от примесей и может быть применено в химической промышленности при производстве меди сернокислотным методом.

Изобретение относится к очистке сульфата меди от примесей железа и может быть применено в химической промышленности для производства меди сернокислотным методом.

Известно техническое решение, заключающееся в очистке сульфата меди от примесей двувалентного железа путем окисления его в трехвалентное пероксидом водорода с последующей обработкой комплексообразователем - фторидом натрия - при 60°C, переводящий трехвалентное железо в растворимую комплексную форму (III) натрия.

Наименее на то, что известный способ очистки, обеспечивающий высокую чистоту продукта, имеет существенные недостатки, а именно: наличие примесей железа, а также натрия и фтора в конечном продукте. Поэтому при очистке сульфата меди сернокислотным методом остается в маточном растворе трехвалентного железа в маточном растворе.

№ SU 1726381 A1

МПК C 01 G 3/10

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

-4-

1726381

3

4

5

6

7

8

9

10

11

12

13

14

15

16

17

18

19

20

21

22

23

24

25

26

27

28

29

30

31

32

33

34

35

36

37

38

39

40

41

42

43

44

45

46

47

48

49

50

51

52

53

54

55

56

57

58

59

60

61

62

63

64

65

66

67

68

69

70

71

72

73

74

75

76

77

78

79

80

81

82

83

84

85

86

87

88

89

90

91

92

93

94

95

96

97

98

99

100

101

102

103

104

105

106

107

108

109

110

111

112

113

114

115

116

117

118

119

120

121

122

123

124

125

126

127

128

129

130

131

132

133

134

135

136

137

138

139

140

141

142

143

144

145

146

147

148

149

150

151

152

153

154

155

156

157

158

159

160

161

162

163

164

165

166

167

168

169

170

171

172

173

174

175

176

177

178

179

180

181

182

183

184

185

186

187

188

189

190

191

192

193

194

195

196

197

198

199

200

201

202

203

204

205

206

207

208

209

210

211

212

213

214

215

216

217

218

219

220

221

222

223

224

225

226

227

228

229

230

231

232

233

234

235

236

237

238

239

240

241

242

243

244

245

246

247

248

249

250

251

252

253

254

255

256

257

258

259

260

261

262

263

264

265

266

267

268

269

270

271

272

273

274

275

276

277

278

279

280

281

282

283

284

285

286

287

288

289

290</

### Формула изобретения:

Изобретение относится к очистке сульфата меди от примеси железа и может найти применение в химической промышленности при производстве меди сернокислой пятиводной реактивных квалификаций и в цветной металлургии при производстве медного купороса повышенной степени чистоты по примеси железа.

Известно техническое решение, заключающееся в очистке сульфата меди от примеси двухвалентного железа путем окисления его в трехвалентное перекисью водорода с последующей обработкой комплексообразователем - фтористым натрием - при 80°C, приводящей к переводу трехвалентного железа в растворимый комплекс гексафторферрат (III) натрия.

Несмотря на то, что известный способ очистки обеспечивает высокое качество продукта, он имеет существенные недостатки, связанные с накоплением примеси железа, а также натрия и фтора в маточном растворе. По этому методу при кристаллизации меди сернокислой 97-98% примеси железа остается в маточном растворе. Накопление железа в маточном растворе

творяют в 380 л маточного раствора, содержащего 0,043 г/л примеси железа, при 80°C. В полученный раствор с плотностью 1,36 г/см<sup>3</sup> и pH 2 вводят 0,5 кг перекиси водорода, выдерживают в течение 0,5 ч при непрерывном перемешивании и нагревании, а затем вводят 7,0 л 5%-ного раствора нитрилотриметилфосфоновой кислоты. Выдерживают раствор при перемешивании и нагревании в течение 15 мин, после чего вводят 0,35 кг активированного угля и продолжают перемешивание в течение 1 ч. Раствор фильтруют от осадка нитрилотриметилфосфаната железа с активированным углем. В отфильтрованный очищенный раствор меди сернокислой вводят 7,8 кг серной кислоты, охлаждают до 20-22°C. Охлажденную суспензию подают на центрифугу, где производят отжим кристаллов меди сернокислой. Отжатые кристаллы меди сернокислой высушивают. Выход кристаллов 265 кг. Маточный раствор, содержащий 4 мг/л железа, возвращают в цикл на стадию приготовления исходного раствора, предварительно нейтрализовав.

Последующие примеры проводились аналогично примеру 2. Варьировались следующие параметры: pH процесса, количество вводимого активированного угля.

Данные приведены в таблице.

Из приведенных примеров видно, что поставленная цель достигается в случае обработки раствора медного купороса нитрилотриметилфосфоновой кислотой при pH 1,5-2,0 с последующим введением активированного угля при массовом соотношении

НТФ:активированный уголь 1:(1-2) (примеры 2 и 3).

В случае снижения pH раствора до 1,0 (пример 4), повышения pH раствора больше 2,0 (пример 5), а также при введении активированного угля в количестве меньшем предлагаемого или при полном отсутствии

угля в процессе (примеры 6,8) - ухудшаются показатели качества продукта. В ведение активированного угля в большем количестве нецелесообразно (пример 7).

Таким образом, предлагаемый способ позволяет снизить потери сульфата меди и сократить количество отходов производства при сохранении высокой степени очистки, что обеспечивает создание непрерывного технологического процесса.

Формула изобретения

1. Способ очистки сульфата меди от примеси железа, включающий обработку раствора перекисью водорода, введение комплексообразователя, кристаллизацию продукта и сушку его, отличающийся тем, что, с целью снижения потерь целевого продукта и сокращения отходов производства при сохранении высокой степени очистки, в качестве комплексообразователя используют нитрилотриметилфосфоновую кислоту при pH 1,5-2,0 перед кристаллизацией вводят активированный уголь и отделяют осадок.

2. Способ по п. 1, отличающийся тем, что комплексообразователь и активированный уголь вводят в массовом соотношении 1:(1-2) соответственно.

25	200
	180
	0,43 0,35
	0,43 0,35
	1:11:1
30	1,75 2,0
	434,0
	180
	0,34
	0,34
	1:1 1,5
35	28
	180
	0,35
	0,3-5
	1:1
	1,0
40	27
	99,4 39,5 39,599,0
	,0002 0,0002 0,0002 0,002
	,001 0,001 0,0010,001
	180
	0,35
45	0,35
	1:1 2,5
	13
	98,0
	0,008
	0,001
50	0,000\$ 0,0005 0,0005 0,0005 0,0005
	0,0030 0,0010 0,0250,0050,001
	0,0005 0,0005 0,0005 0,0005 0,0005
	0,002 0,002-0,0020,002
55	0,040,030,050,050,05
	180
	0,35
	0,175
	1:0,5
	,0
60	9
	9,5
	,005
	,001
	,0005
	,001
	,0005



**DERWENT-ACC-NO:** 1993-107678

**DERWENT-WEEK:** 199313

*COPYRIGHT 2009 DERWENT INFORMATION LTD*

**TITLE:** Removing iron admixtures from  
copper sulphate soln. using  
peroxide and nitrilo-tri:methyl  
phosphonic acid complexing agent  
with recycle of liquor to reduce  
waste

**INVENTOR:** BATURA Z E; KRECHMER G A ; LUKYANOVA V  
I

**PATENT-ASSIGNEE:** CHEM REAGENTS & PURE MATERIALS  
INST[CHRRER]

**PRIORITY-DATA:** 1989SU-4775983 (October 23, 1989)

**PATENT-FAMILY:**

<b>PUB-NO</b>	<b>PUB-DATE</b>	<b>LANGUAGE</b>
SU 1726381 A1	April 15, 1992	RU

**APPLICATION-DATA:**

<b>PUB-NO</b>	<b>APPL- DESCRIPTOR</b>	<b>APPL-NO</b>	<b>APPL-DATE</b>
SU 1726381A1	N/A	1989SU- 4775983	October 23, 1989

**INT-CL-CURRENT:**

**TYPE**

CIPS

**IPC DATE**

C01G3/10 20060101

**ABSTRACTED-PUB-NO:** SU 1726381 A1**BASIC-ABSTRACT:**

A soln. of copper sulphate contg. 0.03% Fe is treated with hydrogen peroxide in the presence of a complexing agent of nitrilotrimethyl phosphonic acid as a 5% soln. at pH 1.5-2 and a temp. of 80 deg.C. The mixt. is treated with active carbon for 1 hr. in the ratio of complex to carbon of 1:(1-2), the residue is sepd., the liquor acidified with sulphuric acid and the product crystallised out. The mother liquor, contg. about 4 mg/l Fe, is recycled.

USE/ADVANTAGE - To remove iron admixtures from copper sulphate soln. The process can be operated continuously at a high degree of purificn., giving product with Fe content of 0.001-0.005% at reduced losses of copper sulphate, and the amount of waste is reduced owing to recycle of mother liquor. The method can be used in chemical industry to prepare copper sulphate pentahydrate used as a chemical reagent, or non-ferrous metallurgy for prepn. of high-purity copper sulphate. Bul.14/15.4.9

**TITLE-TERMS:** REMOVE IRON ADMIXED COPPER SULPHATE  
SOLUTION PEROXIDE NITRILO TRI METHYL  
PHOSPHONIC ACID COMPLEX AGENT  
RECYCLE LIQUOR REDUCE WASTE

**DERWENT-CLASS:** E11 E32 M25



**CPI-CODES:** E11-Q01; E35-A; M25-G08;

**CHEMICAL-CODES:** Chemical Indexing M3 \*01\*  
Fragmentation Code A429 A940 C108  
C316 C540 C730 C801 C802 C803  
C804 C805 M411 M720 N163 N513  
Q469 Specific Compounds R01759  
Registry Numbers 74

**UNLINKED-DERWENT-REGISTRY-NUMBERS:** ; 1759P

**SECONDARY-ACC-NO:**

**CPI Secondary Accession Numbers:** 1993-047696